

Metode uji standar untuk indeks bias dan dispersi bias cairan hidrokarbon

*Standard Test Method for Refractive Index and Refractive
Dispersion of Hydrocarbon Liquids*

(ASTM D1218–02(2007), IDT)



© ASTM 2007 – All rights reserved

© BSN 2016 untuk kepentingan adopsi standar © ASTM menjadi SNI – Semua hak dilindungi

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun serta dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis BSN

BSN
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

*"This Standard is identical to **ASTM D1218–02(2007), Standard Test Method for Refractive Index and Refractive Dispersion Of Hydrocarbon Liquids**, Copyright ASTM International, 100 Barr Harbour Drive, West Conshohocken PA 19428 USA.
Reprinted by permission of ASTM International."*

*ASTM International has authorized the distribution of this translation of **SNI 8246:2016**, but recognizes that the translation has gone through a limited review process. ASTM neither represents nor warrants that the translation is technically or linguistically accurate. Only the English edition as published and copyrighted by ASTM shall be considered the official version. Reproduction of this translation, without ASTM's written permission is strictly forbidden under U.S. and international copyright laws.*

Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata.....	ii
1 Ruang lingkup.....	1
2 Acuan normatif.....	2
3 Istilah dan definisi	3
4 Ringkasan metode uji	3
5 Arti dan kegunaan.....	3
Prosedur A — Prosedur manual (optik-mekanik)	4
6 Peralatan.....	4
7 Pereaksi dan bahan	5
8 Pengambilan sampel	6
9 Persiapan peralatan.....	7
10 Kalibrasi refraktometer mengguna-kan standar referensi padat.....	7
11 Kalibrasi refraktometer menggunakan cairan standar referensi.....	8
12 Prosedur	8
13 <i>Quality control</i>	9
14 Perhitungan dan pelaporan.....	9
15 Presisi dan bias.....	10
Prosedur B – Prosedur otomatis (digital)	11
16 Peralatan.....	11
17 Pereaksi dan bahan	12
18 Pengambilan sampel	12
19 Persiapan peralatan.....	12
20 Kalibrasi refraktometer menggunakan standar referensi cairan	12
21 Prosedur	12
22 <i>Quality control</i>	13
23 Pelaporan.....	13
24 Presisi dan bias.....	13
25 Kata kunci	14
Lampiran (informatif) X1. Faktor yang mempengaruhi presisi dan ketepatan	15
Lampiran (informatif) X2. Kalibrasi peralatan.....	17
Lampiran (informatif) X3. Perbandingan antara cahaya yang dipantulkan dengan yang diteruskan	19
Lampiran (informatif) X4. Petunjuk untuk kontrol kualitas.....	20

Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) 8246:2016, *Metode uji standar untuk indeks bias dan dispersi bias cairan hidrokarbon* merupakan SNI baru. SNI ini merupakan adopsi identik dari ASTM D1218-02(2007), *Standard Test Method for Refractive Index and Refractive Dispersion Of Hydrocarbon Liquids*, dengan metode terjemahan.

SNI ini disusun untuk memudahkan pengguna dalam memahami metode uji sehingga dapat menerapkannya dengan baik dan benar.

Untuk tujuan ini telah dilakukan perubahan editorial yaitu tanda titik telah diganti dengan tanda koma dan sebaliknya untuk penulisan bilangan.

SNI ini disusun sesuai dengan ketentuan yang diberikan dalam:

- a) Pedoman Standardisasi Nasional PSN 03.1:2007, Adopsi Standar Internasional dan Publikasi Internasional lainnya, Bagian 1: Adopsi Standar Internasional menjadi SNI (ISO/IEC Guide 21-1:2005, *Regional or national adoption of International Standards and other International Deliverables – Part 1: Adoption of International Standards, MOD*),
- b) Pedoman Standardisasi Nasional (PSN) 08:2007, Penulisan SNI,
- c) Pedoman Standardisasi Nasional (PSN) 10:2012, Adopsi Standar American Society for Testing and Material menjadi Standar Nasional Indonesia.

Standar ini disusun oleh Komite Teknis 75-02 Produk Minyak Bumi, Gas Bumi dan Pelumas dan telah dibahas dalam rapat konsensus lingkup Komite Teknis di Jakarta pada tanggal 22-23 November 2012 yang dihadiri oleh wakil dari produsen, konsumen, tenaga ahli, asosiasi dan peneliti serta instansi teknis terkait lainnya.

Apabila pengguna menemukan keraguan dalam standar ini maka disarankan untuk melihat standar aslinya yaitu ASTM D1218-02(2007) dan/atau dokumen terkait lain yang menyertainya.



Metode uji standar untuk indeks bias dan dispersi bias cairan hidrokarbon¹

Standard test method for refractive index and refractive dispersion of hydrocarbon liquids¹

1 Ruang lingkup

1.1 Metode uji ini mencakup pengukuran indeks bias, dengan ketelitian sampai empat angka desimal atau lebih baik, dari senyawa hidrokarbon yang transparan dan berwarna terang dalam rentang 1,330 0 hingga 1,500 0 pada temperatur 20 hingga 30 °C menggunakan prosedur manual (optik- mekanik) atau otomatis (digital).

1.2 Prosedur manual (optik-mekanik) juga meliputi pengukuran dari dispersi bias dengan ketelitian sampai empat angka desimal atau lebih baik.

CATATAN 1 Metode uji ini dapat digunakan untuk mengukur cairan yang mempunyai indeks bias lebih besar dari 1,500 0 dan pada temperatur di bawah 20 °C dan di atas 30 °C, namun presisi metoda ini tidak berlaku. Verifikasi ketelitian pengukuran tersebut akan bergantung pada ketersediaan standar referensi yang terpercaya dan tersertifikasi, yang menggambarkan unjuk kerja peralatan yang digunakan pada kondisi pengukuran tertentu.

1.3 Metode uji ini tidak dapat diterapkan untuk cairan yang berwarna pekat atau cairan yang memiliki *bubble points* mendekati temperatur pengukuran sehingga pembacaan tidak dapat diperoleh sebelum terjadinya *substantial weathering*. Warna cairan harus dibatasi pada warna ASTM No 4 atau lebih terang, seperti ditetapkan pada metode uji ASTM D1500.

1 Scope

1.1 This test method covers the measurement of refractive index, accurate to four decimal places or better, of transparent and light-colored hydrocarbons in the range of 1,3300 to 1,5000 at temperatures from 20 to 30 °C by manual (optical-mechanical) or automatic (digital) procedure.

1.2 The manual (optical-mechanical) procedure also covers the measurement of refractive dispersion accurate to the fourth decimal place or better.

NOTE 1 The test method may be suitable for measuring the refractive indices of liquids above 1.5000 and at temperatures both below 20 °C and above 30 °C; however, the test method precision may not apply. Verification of the accuracy of such measurements will depend upon the availability of reliable, certified reference standards that demonstrate the performance of the instrument used under the particular measuring conditions.

1.3 The test method may not be applicable to liquids that are strongly colored, or that have bubble points so near the test temperature that a reading cannot be obtained before substantial weathering takes place. Liquid color should be limited to No. 4 ASTM Color or lighter, as determined by Test Method D1500.

¹ Metode uji ini di bawah wewenang ASTM Committee D02 tentang Produk Petroleum dan Pelumasan dan menjadi tanggung jawab Sub komite D02.04.0D Metoda fisika dan kimia. Edisi sekarang disetujui pada 1 November 2007. Diterbitkan Januari 2008. Aslinya disahkan pada 1952. Edisi terakhir sebelumnya D1218-02 pada tahun 2002.

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D02 on Petroleum Products and Lubricants and is the direct responsibility of Subcommittee D02.04.0D on Physical and Chemical Methods. Current edition approved Nov. 1, 2007. Published January 2008. Originally approved in 1952. Last previous edition approved in 2002 as D1218-02.



1.4 Standar ini tidak meliputi hal-hal yang berhubungan dengan aspek keselamatan, jika ada, hanya yang berhubungan dengan penggunaannya. Pengguna standar ini bertanggung jawab untuk mengadakan latihan keselamatan dan kesehatan kerja yang tepat dan menentukan batasan peraturan sebelum menggunakan standar ini.

2 Acuan normatif

2.1 Standar ASTM:²

D1193, *Specification for Reagent Water*
 D1500, *Test Method for ASTM Color of Petroleum Products (ASTM Color Scale)*
 D6299, *Practice for Applying Statistical Quality Assurance Techniques to Evaluate Analytical Measurement System Performance*
 D6300, *Practice for the Determination of Precision and Bias Data for Use in Test Methods for Petroleum Products and Lubricant*
 E 1, *Specification for ASTM Liquid-in-Glass Thermometers*

2.2 ASTM Adjuncts:

Determination of Precision and Bias Data for Use in Test Methods for Petroleum Products and Lubricants, Version 4.0.65³

1.4 This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.

2 Referenced documents

2.1 ASTM Standards:²

D1193, *Specification for Reagent Water*
 D1500, *Test Method for ASTM Color of Petroleum Products (ASTM Color Scale)*
 D6299, *Practice for Applying Statistical Quality Assurance Techniques to Evaluate Analytical Measurement System Performance*
 D6300, *Practice for the Determination of Precision and Bias Data for Use in Test Methods for Petroleum Products and Lubricant*
 E 1, *Specification for ASTM Liquid-in-Glass Thermometers*

2.2 ASTM Adjuncts:

Determination of Precision and Bias Data for Use in Test Methods for Petroleum Products and Lubricants, Version 4.0.65³

² Untuk acuan standar ASTM, kunjungi website, www.astm.org, atau hubungi *customer service* di service@astm.org. Untuk informasi volume buku rangkuman standar ASTM, sesuaikan dengan halaman rangkuman dokumen standar di website ASTM.

³ Diperoleh dari kantor pusat ASTM Internasional. Order No. ADJD6300. (Terbitan asli sebagai Lawrey, D. M. G., ed., *Calculation of Precision Data: Petroleum Test Methods*, ASTM International, 1996.)

² For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, www.astm.org, or contact ASTM Customer Service at service@astm.org. For *Annual Book of ASTM Standards* volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.

³ Available from ASTM International Headquarters. Order No. ADJD6300. (Originally published as Lawrey, D. M. G., ed., *Calculation of Precision Data: Petroleum Test Methods*, ASTM International, 1996.)

3 Istilah dan definisi

3.1 Definisi:

3.1.1

dispersi bias

perbedaan antara indeks bias dari material dengan dua panjang gelombang cahaya yang berbeda, kedua indeks tersebut diukur pada temperatur yang sama. Untuk kemudahan perhitungan, nilai dari perbedaan tersebut biasanya dikalikan dengan 10 000.

3.1.2

indeks bias

perbandingan kecepatan cahaya (dengan panjang gelombang tertentu) dalam udara, terhadap kecepatannya di dalam material yang diuji. Dapat pula didefinisikan sebagai Sinus dari sudut datang dibagi dengan Sinus sudut bias, ketika cahaya lewat dari udara ke dalam material yang diuji. Ini adalah indeks bias relatif. Jika dikehendaki indeks bias absolut (yang mengacu pada vakum) nilai ini harus dikalikan dengan faktor 1,000 27, yang merupakan indeks bias udara absolut. Nilai numerik indeks bias cairan bervariasi, berbanding terbalik dengan panjang gelombang dan temperatur.

4 Ringkasan metode uji

4.1 Indeks bias diukur menggunakan refraktometer dengan resolusi tinggi baik secara optik-mekanik maupun secara otomatis digital dengan temperatur prisma yang dikontrol secara akurat. Prinsip kerja peralatan berdasarkan konsep sudut kritis.

5 Arti dan kegunaan

5.1 Indeks bias dan dispersi bias merupakan sifat fisika dasar yang dapat digunakan bersamaan dengan sifat lain untuk karakterisasi hidrokarbon murni dan campurannya.

3 Terminology

3.1 Definitions:

3.1.1

refractive dispersion

the difference between the refractive indexes of a substance for light of two different wavelengths, both indexes being measured at the same temperature. For convenience in calculations, the value of the difference thus obtained is usually multiplied by 10 000.

3.1.2

refractive index

the ratio of the velocity of light (of specified wavelength) in air, to its velocity in the substance under examination. It may also be defined as the sine of the angle of incidence divided by the sine of the angle of refraction, as light passes from air into the substance. This is the relative index of refraction. If absolute refractive index (that is, referred to vacuum) is desired, this value should be multiplied by the factor 1,000 27, the absolute refractive index of air. The numerical value of refractive index of liquids varies inversely with both wavelength and temperature.

4 Summary of test method

4.1 The refractive index is measured using a high-resolution refractometer of an optical-mechanical or automatic digital type with the prism temperature accurately controlled. The instrument principle is based on the critical angle concept.

5 Significance and use

5.1 Refractive index and refractive dispersion are fundamental physical properties, which can be used in conjunction with other properties to characterize pure hydrocarbons and their mixtures.

Prosedur A — Prosedur manual (optik-mekanik)

6 Peralatan

6.1 Refraktometer: refraktometer optik-mekanik resolusi tinggi tipe 'Abbe', dengan rentang pengukuran yang sesuai (1,330 0 hingga 1,500 0 atau lebih) dan dengan akurasi/resolusi 0,000 1 atau lebih baik.

CATATAN 2 Sebelum tahun 2001, Metode uji D1218 berdasarkan pada Refraktometer Bausch & Lomb. Namun peralatan ini tidak lagi diproduksi. Saat ini tersedia refraktometer manual tipe 'Abbe' (lihat X1.2.3). Ada beberapa refraktometer yang dapat digunakan untuk pengukuran ini. Beberapa peralatan menawarkan rentang pengukuran yang lebih lebar tetapi penting untuk memverifikasi keseragaman akurasi semua rentang ukur dan memastikan bahwa tersedia material untuk kalibrasi.

6.2 Unit kontrol temperatur, dapat berupa sebuah penangas cairan eksternal dengan kemampuan memanaskan dan mendinginkan dan dilengkapi pompa untuk menjaga temperatur prisma $\pm 0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$ atau berupa sebuah sistem kontrol temperatur elektronik internal (seperti sistem Peltier). Jika menggunakan penangas eksternal, cairan thermostat harus melewati alat pengukur temperatur ketika meninggalkan prisma, tidak saat memasuki prisma. Unit kontrol temperatur (eksternal atau internal) harus mempunyai spesifikasi kontrol berikut:

Stabilitas	$\pm 0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$
Keseragaman	$\pm 0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$
Resolusi tampilan	$0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$ atau lebih baik

6.3 Alat pengukur temperatur, untuk peralatan yang menggunakan air raksa dalam termometer gelas, Termometer ASTM 17C yang memiliki rentang dari 19 sampai $27\text{ }^{\circ}\text{C}$ dan memenuhi Spesifikasi E1. Untuk peralatan yang tidak menggunakan air raksa dalam termometer gelas, dapat digunakan probe tahanan platina, termokopel, atau sensor temperatur yang ekuivalen.

Procedure A — Manual (optical-mechanical) procedure

6 Apparatus

6.1 Refractometer, high-resolution optical-mechanical refractometer of the "Abbe" type with suitable measuring range (1,330 0 to 1,500 0 or higher) and an accuracy/resolution of 0,000 1 or better refractive index.

NOTE 2 Prior to 2001, Test Method D1218 was based on a Bausch & Lomb Refractometer. However, this instrument is no longer manufactured. Currently available manual refractometers are of the "Abbe" type (critical angle refractometers, see X1.2.3). There is a variety of refractometers that have been found to be suitable for this measurement. Some instruments offer a wider measuring range but it is important to verify the uniformity of accuracy across the entire measuring range and to ensure suitable calibration materials are available for this verification.

6.2 Temperature control unit, either an external liquid bath with both heating and cooling capability and pump for maintaining the indicated prism temperature within $0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$, or an internal electronic temperature control system (such as Peltier system). If an external bath is used, the thermostating liquid shall pass the temperature measuring device on leaving, not on entering the prism. The temperature control unit (external or internal) shall have the following control specification:

Stability	$\pm 0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$
Uniformity	$\pm 0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$
Display Resolution	$0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$ or better

6.3 Temperature measuring device, for those apparatus employing mercury in glass thermometer, ASTM Thermometer 17C having a range from 19 to $27\text{ }^{\circ}\text{C}$, and conforming to the requirements of Specification E 1. For apparatus using nonmercury in glass thermometer, a platinum resistance probe, thermocouple, or equivalent temperature sensors are acceptable.

6.4 Sumber cahaya—Sumber cahaya berikut dapat digunakan bersamaan dengan refraktometer optik-mekanik (Tipe Abbe):

6.4.1 *Sodium Arc Lamp, Na_D line pada 589 nm.*

6.4.2 *Mercury Arc Lamp, Hg_c line pada 546 nm atau Hg_g line pada 435 nm.*

6.4.3 *Cadmium Arc Lamp, Cd_c line pada 644 nm.*

6.4.4 *Mercury-Cadmium Arc Lamp.*

6.4.5 *Helium Discharge Lamp.*

CATATAN 3 Pengukuran dispersi bias memerlukan lebih dari satu sumber cahaya.

6.5 Filter cahaya—Lampu Arc dapat memancarkan sejumlah garis spektral yang menghasilkan *multiple-borderlines* teramati dalam refraktometer. Filter dapat digunakan untuk menghilangkan garis yang tidak diinginkan. Tergantung pada desain alat, pabrikan akan merekomendasikan dan memberikan filter yang sesuai atau menyesuaikan filter komersial yang ada (contohnya filter interferensi) untuk penggunaan yang tepat.

6.4 Light sources—The following type of light source can be used in conjunction with an optical-mechanical (Abbe type) refractometer:

6.4.1 *Sodium Arc Lamp, Na_D line at 589 nm.*

6.4.2 *Mercury Arc Lamp, Hg_c line at 546 nm or Hg_g line at 436 nm.*

6.4.3 *Cadmium Arc Lamp, Cd_c line at 644 nm.*

6.4.4 *Mercury-Cadmium Arc Lamp.*

6.4.5 *Helium Discharge Lamp.*

NOTE 3 Measurement of refractive dispersion requires more than one type of light source.

6.5 Light filters—Arc lamps can emit a number of spectral lines that result in multiple-borderlines observed in the refractometer. Filters can be used to eliminate unwanted lines (borderlines). Depending upon instrument design, the manufacturer will recommend and supply a suitable filter or adapt a commercially-available filter (for example, interference filter) to suit the application.

7 Pereaksi dan bahan

7.1 *n*-Pentana, Kemurnian minimal 95% mol, untuk membersihkan permukaan prisma (**Peringatan**— Mudah menyala. Berbahaya jika terhirup. Uap dapat menyebabkan nyala api).

CATATAN 4 Fraksi hidrokarbon dengan titik didih rendah, dengan rentang didih 50 sampai 100 °C juga dapat digunakan.

7.2 Toluena, HPLC Grade, untuk membersihkan permukaan prisma. (**Peringatan**— Mudah menyala. Uap berbahaya)

7.3 *1-Bromonaphthalena*, Kemurnian minimal 98 % mol, cairan kontak ketika mengkalibrasi dengan standar referensi padat (**Peringatan**— Beracun ketika tertelan)

7. Reagents and materials

7.1 *n*-Pentane, 95 mol % Minimum Purity, for cleaning the prism faces. (**Warning**— Flammable. Harmful if inhaled. Vapors may cause flash fire.)

NOTE 4 Low boiling hydrocarbon fractions with boiling range 50 to 100 °C have also been found to be acceptable.

7.2 *Toluene*, HPLC Grade, for cleaning the prism faces. (**Warning**—Flammable. Vapor harmful.)

7.3 *1-Bromonaphthalene*, 98 mol % Minimum Purity, contact liquid when calibrating with solid reference standard. (**Warning**—Toxic when ingested.)

7.4 Material Referensi Primer, untuk kalibrasi alat.

7.4.1 Standar referensi padat, dengan nilai indeks bias tertera pada permukaan atasnya.

7.4.2 Air destilasi atau air deionisasi, sesuai Tipe II atau III dari spesifikasi D1193. Pada temperatur 20 °C, $n_D = 1,333\ 0$; pada 25 °C, $n_D = 1,332\ 5$; dan pada temperatur 30 °C, $n_D = 1,331\ 9$

7.4.3 2,2,4-trimetilpentana, Kemurnian minimal 99% mol, pada 20 °C, $n_D = 1,3915$; pada 25 °C, $n_D = 1,389\ 0$

7.4.4 Metilsikloheksana, Kemurnian minimal 99% mol, pada temperatur 20 °C, $n_D = 1,4231$; pada 25 °C, $n_D = 1,420\ 6$

7.4.5 Toluena, Kemurnian minimal 99% mol, pada 20 °C, $n_D = 1,496\ 9$; pada 25 °C, $n_D = 1,494\ 1$ (**Peringatan**— 2,2,4-trimetilpentana, metilsikloheksana and toluena adalah mudah menyala. Uapnya dapat sangat berbahaya).

CATATAN 5 Material murni lain dapat digunakan untuk mengkalibrasi peralatan sebagai material referensi primer, selama dapat diperoleh dengan kemurnian minimal 99% mol dan ketepatan nilai dari indeks bias pada temperatur tertentu. Presisi dari metode uji (lihat Subpasal 15.1 dan 24.1) diperoleh menggunakan air destilasi sebagai kalibrasi)

7.5 Material referensi sekunder, untuk kalibrasi alat.

7.5.1 Standar kalibrasi minyak mineral, diukur dan disertifikasi oleh pemasok untuk rentang indeks bias dan temperatur tertentu.

8 Pengambilan sampel

8.1 Sampel diperlukan minimal 0,5 mL. Sampel harus bebas dari padatan tersuspensi, air dan material lain yang dapat mengendap pada permukaan prisma dan mempengaruhi hasil pengukuran. Air dapat dihilangkan dari hidrokarbon dengan perlakuan menggunakan kalsium klorida

7.4 Primary reference materials, for calibrating the instrument.

7.4.1 Solid reference standard, with the value of refractive index engraved on its upper face.

7.4.2 Distilled or deionized water, conforming to Type II or III of Specification D1193. At 20 °C, $n_D = 1,333\ 0$; at 25 °C, $n_D = 1,332\ 5$; and at 30 °C, $n_D = 1,331\ 9$

7.4.3 2,2,4-trimethylpentane, 99 mol % Minimum Purity, at 20 °C, $n_D = 1,391\ 5$; at 25 °C, $n_D = 1,389\ 0$.

7.4.4 Methylcyclohexane, 99 mol % Minimum Purity, at 20 °C, $n_D = 1,4231$; at 25 °C, $n_D = 1,420\ 6$.

7.4.5 Toluene, 99 mol % Minimum Purity, at 20 °C, $n_D = 1,496\ 9$; at 25 °C, $n_D = 1,494\ 1$. (**Warning**— 2,2,4-trimethylpentane, methylcyclohexane, and toluene are all flammable. Their vapor can be harmful).

NOTE 5 Other pure materials may be used to calibrate the instrument as primary reference material, as long as they can be obtained in 99 mol % minimum purity and accurate values of their refractive indices at specific temperatures are available. The precision of the test method (see 15.1 and 24.1) were obtained using distilled water as the calibrant.

7.5 Secondary reference materials, for calibrating the instrument.

7.5.1 Mineral oil calibration standards, measured and certified by suppliers for specific refractive index ranges and temperatures.

8 Sampling

8.1 A sample of at least 0,5 mL is required. The sample shall be free of suspended solids, water, or other materials that may settle onto the prism surface and affect the measured reading. Water can be removed from hydrocarbons by treatment with calcium chloride followed by filtering or

diikuti penyaringan atau sentrifugasi untuk menghilangkan bahan pengering. Kemungkinan perubahan komposisi sampel akibat bahan pengering, adsorpsi selektif pada filter, atau penguapan fraksional harus dipertimbangkan (**Peringatan:** uap sampel hidrokarbon mudah menyala).

centrifuging to remove the desiccant. The possibility of changing the composition of the sample by action of the drying agent, by selective adsorption on the filter, or by fractional evaporation, shall be considered. (**Warning**—Volatile hydrocarbon samples are flammable.)

9 Persiapan peralatan

9.1 Refraktometer harus dijaga bersih setiap saat. Debu dan minyak dapat merusak komponen optik peralatan. Bersihkan permukaan prisma dengan toluena, diikuti dengan *n*-pentana menggunakan kain katun, tisu bersih untuk lensa atau material sejenis, sesuai petunjuk pabrikan. Jangan keringkan prisma menggunakan kain katun kering. (lihat CATATAN 4) (**Peringatan**—Material tersebut sangat mudah menyala. Berbahaya jika terhirup. Uapnya menyebabkan nyala api.)

9.2 Atur termostat penangas/sirkulator atau sistem kontrol temperatur elektronik agar indikasi temperatur pada alat ukur temperatur refraktometer dalam rentang 0,1 °C dari nilai yang diinginkan. Nyalakan sumber cahaya dan biarkan refraktometer untuk mencapai kesetimbangan selama 30 menit.

CATATAN 6 Kestabilan temperatur prisma dapat dipengaruhi oleh perubahan kondisi ambien seperti aliran udara atau perubahan temperatur ruangan. Harus diperhatikan untuk meminimalkan faktor tersebut.

10 Kalibrasi refraktometer menggunakan standar referensi padat

10.1 Bersihkan secara keseluruhan permukaan prisma dan permukaan standar referensi padat (lihat 7.4.1). Buka rangkaian prisma. Tuangkan setetes cairan kontak, 1-bromonaphthalene, berdiameter 1,5 mm, pada pusat permukaan poles material referensi padat. Tekan standar referensi terhadap permukaan prisma dengan permukaan yang dipoles menghadap sumber cahaya.

9 Preparation of apparatus

9.1 The refractometer shall be kept scrupulously clean at all times. Dust and oil can impair the optical component of the instrument. Thoroughly clean the prism faces with toluene, followed by *n*-pentane (see NOTE 4) (**Warning**—These materials are extremely flammable. Harmful if inhaled. Vapors may cause flash fire.) using cotton swabs, fresh clean lens tissue, or similar material, in accordance with manufacturer's instructions. Do not dry the prism faces by rubbing with dry cotton.

9.2 Adjust the thermostat bath/circulator settings or the electronic temperature control system so that the temperature indicated by the refractometer temperature measuring device is within 0,1 °C of the desired value. Turn on the light source and allow the refractometer to equilibrate for 30 min.

NOTE 6 The constancy of the prism temperature can be seriously affected by variations in ambient conditions such as air drafts or changes in room temperature. Reasonable precautions should be taken to minimize these factors.

10 Calibration of refractometer using solid reference standard

10.1 Thoroughly clean the prism faces and surfaces of the solid reference standard (see 7.4.1). Open the prism assembly. Apply a drop of 1-bromonaphthalene contact liquid, about 1,5 mm in diameter, to the center of the polished surface of the solid reference material. Press the reference standard against the surface of the prism face with the polished end towards the light source.

10.2 Ikuti petunjuk pabrikan tentang kalibrasi alat ukur menggunakan standar referensi padat.

10.3 Jika indeks bias berbeda dengan nilai yang tertera pada standar referensi padat, lebih dari 0,000 1, atur skala pembacaan refraktometer sehingga sesuai dengan nilai sertifikat, mengikuti petunjuk pabrikan.

10.2 Follow the manufacturer's instructions on how to calibrate the instrument using the solid reference standard.

10.3 If the observed refractive index differs from the value engraved on the solid reference standard by more than 0,000 1, adjust the refractometer's scale reading to match the certified value, following manufacturer's instructions.

11 Kalibrasi refraktometer menggunakan cairan standar referensi

11.1 Gunakan prosedur yang diuraikan pada Pasal 12 untuk menentukan indeks bias dari Material Referensi yang tertera pada Subpasal 7.4 atau 7.5 untuk temperatur pengujian tertentu. Jika indeks bias dari suatu material referensi yang dipilih pada temperatur tertentu berbeda lebih dari 0,000 1 dari nilai yang dicantumkan, lakukan pengaturan pada alat mengikuti petunjuk pabrikan sehingga indeks bias sesuai dengan nilai yang dicantumkan.

11.2 Agar ketepatan pengukuran optimal, gunakan material referensi yang memiliki indeks bias mendekati rentang nilai indeks bias maupun temperatur yang diinginkan untuk mengkalibrasi peralatan.

11 Calibration of the refractometer using liquid reference standards

11.1 Using the procedure described in Section 12, determine the refractive index of any of the Reference Materials specified in 7.4 or 7.5 for a specific test temperature. If the observed refractive index for the chosen reference material at a specified test temperature differs by more than 0,000 1 of the listed value, make adjustment to the instrument following manufacturer's instructions so that the observed refractive index corresponds to the listed value.

11.2 For optimum accuracy, use a reference material whose refractive index is close to the desired refractive index range and temperature to calibrate the instrument.

12 Prosedur

12.1 Pastikan permukaan prisma bersih dan kering. Pastikan temperatur prisma berada dalam rentang 0,1 °C dari temperatur yang diinginkan.

12.2 Lepaskan (bila perlu) dan buka rangkaian prisma

12.3 Tuangkan satu atau dua tetes sampel pada permukaan prisma yang lebih rendah. Tutup rangkaian prisma dan kunci (bila perlu). Nyalakan sumber cahaya. Biarkan selama 3 menit agar temperatur seimbang.

12.4 Lihat melalui lubang pengamatan dan amati bidang yang terdiri dari bagian terang dan gelap. Ikuti instruksi pabrikan untuk mengatur peralatan agar batas antara

12 Procedure

12.1 Ensure that the prism faces are clean and dry. Check that the prism temperature is within 0,1 °C of the desired temperature.

12.2 Unlock (if necessary) and open the prism assembly.

12.3 Place one or two drops of the sample on the lower prism face. Close the prism assembly and lock (if necessary). Turn on the light source. Allow 3 min temperature equilibration time.

12.4 Look through the eyepiece and observe the field consisting of a light and dark portion. Follow manufacturer's instructions to adjust the instrument so that

bagian terang dan gelap pada bidang tersebut setajam mungkin.

12.5 Ikuti petunjuk pabrikan, buat pengaturan tambahan hingga garis batas yang jelas memotong titik tengah *crosshairs* melapisi bidang.

12.6 Baca indeks bias pada skala. Ulangi Subpasal 12.5 paling sedikit empat kali, mendekati dari salah satu sisi garis batas yang jelas, dan buat rata-rata skala pembacaan.

12.7 Catat dan laporkan nilai rata-rata indeks bias.

12.8 Jika peralatan dapat menentukan dispersi bias, ganti sumber cahaya dengan sumber cahaya yang panjang gelombangnya berbeda. Tentukan indeks bias pada panjang gelombang kedua, ikuti Subpasal 12.4 sampai 12.7

CATATAN 7 Ketika menentukan dispersi bias, diharapkan bahwa instrumen telah dikalibrasi pada kedua panjang gelombang yang digunakan.

13 Quality control

13.1 Pastikan unjuk kerja dari prosedur uji dengan menganalisa sampel QC yang stabil dan mewakili dari sampel yang diteliti.

13.1.1 Jika tata cara kontrol kualitas/jaminan kualitas (QC/QA) terdapat pada fasilitas uji, dapat digunakan untuk memastikan kehandalan hasil uji.

13.1.2 Jika tata cara QC/QA tidak ada pada fasilitas uji, Lampiran X4 dapat digunakan sebagai petunjuk untuk menjalankan fungsi ini.

14 Perhitungan dan pelaporan

14.1 Laporkan indeks bias rata-rata sampai empat desimal dan temperatur pada saat pengujian dilakukan, sebagai contoh:

the boundary between the light and dark portions of the field is as sharp as possible.

12.5 Following manufacturer's instructions, make any additional adjustment until the sharp boundary line intersects the midpoint of the crosshairs superimposed on the field.

12.6 Read the refractive index on the scale. Repeat 12.5 at least four times, approaching from either side of the sharp boundary line, and average the scale readings.

12.7 Record and report the average refractive index value.

12.8 If instrument is capable of determining refractive dispersion, change the light source to a light source with different wavelength. Determine the refractive index at the secondary wavelength following 12.4-12.7.

NOTE 7 When determining refractive dispersion, it is expected that the instrument would have been calibrated at both wavelengths used.

13 Quality control

13.1 Confirm the performance of the test procedure by analyzing a quality control (QC) sample, which is stable and representative of the sample of interest.

13.1.1 When quality control/quality assurance (QC/QA) protocols are established in the testing facility, these may be used to confirm the reliability of the test result.

13.1.2 When there are no QC/QA protocols established in the testing facility, Appendix X4 can be used to provide guidelines in performing this function.

14 Calculation and report

14.1 Report the average refractive index to four decimal places and the test temperature at which the test was made, for example:

$$\begin{array}{ll} n_D & = x,xxxx \text{ at } 20^\circ\text{C} \text{ atau} \\ n_{589} & = x,xxxx \text{ at } 20^\circ\text{C} \end{array} \quad (1) \qquad \begin{array}{ll} n_D & = x,xxxx \text{ pada } 20^\circ\text{C} \text{ or} \\ n_{589} & = x,xxxx \text{ pada } 20^\circ\text{C} \end{array} \quad (1)$$

Keterangan : *D* atau 589 menunjukkan bahwa garis spektral natrium *D* digunakan.

where *D* or the 589 signifies that the sodium *D* spectral line was used.

14.2 Jika pengukuran dispersi bias dilakukan, hitung nilai absolut dari perbedaan antara indeks bias pada kedua panjang gelombang dan kalikan perbedaannya dengan 10 000. Laporkan nilai perhitungan dan temperatur pengujian, sebagai contoh:

14.2 If a refractive dispersion measurement was made, calculate the absolute value of the difference between the refractive indices at the two wavelengths and multiply the difference by 10 000. Report the calculated value and the test temperature, for example:

$$|(n_g - n_D)| \times 10^4 \text{ pada } t = 20^\circ\text{C} \quad (2) \qquad |(n_g - n_D)| \times 10^4 \text{ at } t = 20^\circ\text{C} \quad (2)$$

Keterangan: *g* dan *D* menunjukkan bahwa garis spektral merkuri *g* dan natrium *D* digunakan pada pengukuran.

where *g* and *D* signifies that the mercury *g* and sodium *D* spectral lines were used in the measurement.

15 Presisi dan bias

15 Precision and bias

15.1 Presisi-Indeks bias :

15.1 Precision—Refractive index:

15.1.1 Presisi untuk prosedur penetapan indeks bias manual (optik-mekanik), ditentukan secara statistik dari hasil uji antar laboratorium yang dilakukan pada tahun 1996⁴ pada delapan sampel yang berbeda berasal dari sepuluh laboratorium, adalah sebagai berikut :

15.1.1 The precision for the manual (optical-mechanical) refractive index procedure, as determined by the statistical examination of interlaboratory test results conducted in 1996⁴ on eight different samples from ten laboratories, is as follows:

15.1.2 *Repeatability* — Perbedaan antara dua hasil uji, yang diperoleh dari operator yang sama, dengan peralatan yang sama, pada kondisi operasi yang tetap, dengan material uji yang sama, dalam jumlah pengujian yang banyak, dalam operasi yang normal dan benar dari metoda uji, yang melebihi nilai berikut hanya satu dalam dua puluh kasus (95% tingkat keyakinan) :

15.1.2 *Repeatability*—The difference between successive test results, obtained by the same operator with the same apparatus, under constant operating conditions, and on identical test material, would, in the long run, in the normal and correct operation of the test method, exceed the following values only in one case in twenty (95 % confidence level):

$$r_{\text{manual}} = 0,000 \ 2 \quad (3)$$

$$r_{\text{manual}} = 0,000 \ 2 \quad (3)$$

⁴ Data pendukung telah didokumentasikan di Kantor Pusat ASTM International dan dapat diperoleh dengan permintaan Research Report RR: D02-1493.

⁴ Supporting data have been filed at ASTM International Headquarters and may be obtained by requesting Research Report RR: D02-1493.

15.1.3 *Reproducibility*— Perbedaan antara dua hasil uji tunggal dan independen, yang diperoleh dari operator yang berbeda, bekerja dalam laboratorium yang berbeda, dengan material uji yang sama, dalam jumlah pengujian yang banyak, dalam operasi yang normal dan benar dari metoda uji, yang melebihi nilai berikut hanya satu dalam dua puluh kasus (95% tingkat kepercayaan):

$$R_{\text{manual}} = 0,000\ 5 \quad (4)$$

15.1.4 Presisi dari metode uji ini untuk indeks bias otomatis dan manual diperoleh sesuai dengan tata cara D6300 menggunakan software Program Presisi D02 (D2PP)⁷.

15.2 Presisi—Dispersi bias

15.2.1 *Repeatability* = 0,000 12

15.2.2 *Reproducibility* = 0,000 12

15.2.3 Presisi dari dispersi bias tidak diperoleh sesuai dengan tata cara D6300 dan bukan bagian dari studi antar laboratorium tahun 1996.

Prosedur B – Prosedur otomatis (digital)

16 Peralatan

16.1 Refraktometer: Refraktometer digital otomatis dengan rentang pengukuran antara 1,330 0 hingga 1,500 0 atau lebih tinggi, dapat menampilkan indeks bias secara otomatis dan digital. Instrumen dilengkapi dengan seal/prisma yang tahan pelarut.

16.2 Unit kontrol temperatur—Lihat 6.2.

16.3 Alat pengukur temperatur: Probe tahanan platina atau ekuivalennya. Ketepatan dan resolusi dari alat pengukur temperatur harus 0,1 °C atau lebih baik.

16.4 Sumber cahaya: Cahaya putih yang difilter seperti yang diperoleh menggunakan lampu tungsten-halogen atau *light emitting*

15.1.3 *Reproducibility*—The difference between two, single and independent results obtained by different operators working in different laboratories on identical test material would, in the long run, in the normal and correct operation of the test method, exceed the following values only in one case in twenty (95 % confidence level):

$$R_{\text{manual}} = 0,000\ 5 \quad (4)$$

15.1.4 The precision of this test method for automatic and manual refractive index was obtained in accordance with Practice D6300 using the D02 Precision Program (D2PP) software.³

15.2 Precision—Refractive Dispersion:

15.2.1 *Repeatability* = 0,000 12

15.2.2 *Reproducibility* = 0,000 12

15.2.3 The precision for refractive dispersion was not obtained in accordance with Practice D6300, and was not part of the 1996 interlaboratory study.

Procedure B—Automatic (digital) procedure

16 Apparatus

16.1 Refractometer—Automatic digital refractometer with a suitable measuring range of 1,330 0 to 1,500 0 or higher, capable of displaying the measured refractive index automatically and digitally. The instrument shall incorporate a solventresistant prism seal.

16.2 Temperature control unit—See 6.2.

16.3 Temperature measuring device—A platinum resistance probe or equivalent. The accuracy and resolution of the temperature measuring device shall be 0.1 °C or better.

16.4 Light source—Filtered white light such as that obtained using a tungsten-halogen lamp or a light emitting diode (LED),

diode (LED), dapat memberikan garis spektra natrium *D* pada 589 nm.

16.5 Filter cahaya—Lihat 6.5.

17 Perekasi dan bahan

17.1 Lihat Pasal 7.

18 Pengambilan sampel

18.1 Lihat Pasal 8.

19 Persiapan peralatan

19.1 Lihat Pasal 9. Pastikan bahwa instrumen dilengkapi *seal* prisma yang tahan pelarut.

20 Kalibrasi refraktometer menggunakan standar referensi cairan

20.1 Refraktometer digital otomatis biasanya dikalibrasi menggunakan standar referensi cairan (lihat 7.4 dan 7.5). Standar tersebut memerlukan satu, dua atau banyak titik kalibrasi. Ikuti petunjuk pabrikan dalam mengkalibrasi refraktometer digital otomatis.

21 Prosedur

21.1 Pastikan bahwa prisma, *plate* sekitar dan *dish/plate* (*presser*, jika terpasang) dibersihkan secara seksama seperti yang tertera pada subpasal 9.1. Pastikan bahwa temperatur prisma adalah benar dan peralatan telah dikalibrasi secara tepat.

21.2 Tuangkan percontoh pada prisma, pastikan bahwa prisma tertutup keseluruhan dengan percontoh. Jangan menuangkan percontoh secara berlebihan karena dapat memperlambat kesetimbangan termal. Turunkan *presser* sample (jika terpasang).

21.3 Lakukan pembacaan secara berurutan, catat nilainya, sampai diperoleh sebuah nilai yang konstan. Catat dan/atau laporkan nilai tersebut sebagai indeks bias percontoh

capable of providing the sodium *D* spectral line at 589 nm.

16.5 Light Filters—See 6.5.

17 Reagents and materials

17.1 See Section 7.

18 Sampling

18.1 See Section 8.

19 Preparation of Apparatus

19.1 See Section 9. Ensure that the instrument has a solvent resistant prism seal.

20 Calibration of the Refractometer Using Liquid Reference Standards

20.1 Automatic digital refractometers are normally calibrated using liquid reference standards (see 7.4 and 7.5). They may require a single, two-point, or multi-point calibration. Follow manufacturer's instruction in calibrating the particular automatic digital refractometer being used.

21 Procedure

21.1 Ensure that the prism and the surrounding plate and dish/plate (and presser, if fitted) are thoroughly cleaned as in 9.1. Ensure the prism temperature is correct and the instrument has been properly calibrated.

21.2 Introduce the test sample to the prism ensuring that the prism is adequately covered. Do not introduce an excessive amount because this can slow the thermal equilibration. Lower the sample presser (if fitted).

21.3 Take a succession of readings, noting values, until a steady value is obtained. Record or report, or both, this value as the refractive index of the sample at the test

pada temperatur pengukuran.

CATATAN 8 Dari pengalaman menggunakan peralatan tersebut, pengguna akan dapat menilai dengan batas waktu yang diperlukan percontoh untuk mencapai kesetimbangan termal pada prisma. Berdasarkan hal ini, dapat dimungkinkan pada beberapa model untuk mengatur waktu tunggu otomatis untuk pembacaan. Hal ini memungkinkan waktu pengukuran yang pasti dapat dituliskan pada tata cara pengujian pengujian.

CATATAN 9 Ketika pembacaan berurutan berubah, arah dari perubahan akan menunjukkan apa yang terjadi pada percontoh. Perubahan ke atas berarti percontoh mengalami pendinginan pada prisma, perubahan ke bawah berarti percontoh mengalami pemanasan. Hal ini tampak ketika percontoh lebih panas atau lebih dingin dari pada prisma.

22 Quality control

22.1 Lihat Pasal 13.

23 Pelaporan

23.1 Refraktometer elektronik digital otomatis harus dapat memberikan nilai indeks bias secara langsung. Hal ini dapat dicatat secara manual, jika refratometer dilengkapi dengan *interface* komputer, data dapat dikirim ke sebuah printer atau ke komputer.

23.2 Laporkan nilai indeks bias sampai empat angka desimal dan juga temperatur pengukurannya, sebagai contoh:

$$\begin{aligned} n_D &= x,xxxx \text{ pada } 20^\circ\text{C} \\ \text{atau} \\ n_{589} &= x,xxxx \text{ pada } 20^\circ\text{C} \quad (5) \end{aligned}$$

Keterangan: *D* atau 589 menunjukkan bahwa digunakan garis spektra natrium *D*.

24 Presisi dan bias

24.1 Presisi—Indeks bias:

24.1.1 Presisi untuk prosedur indeks bias digital otomatis, seperti yang telah ditentukan secara statistik dari hasil uji antar

temperature.

NOTE 8 From experience using the instrument, the user will be able to judge with a safe margin the amount of time needed for a sample to thermally equilibrate on the prism. Based on this, it may be possible on some models to set an automatic delay time for readings. This enables a fixed measuring time to be written in to the experimental protocol.

NOTE 9 When successive readings are drifting, the direction of drift will indicate what is happening to the sample. An upward drift means the sample is cooling on the prism; a downward drift means the sample is warming up. This is particularly noticeable when samples are much hotter or cooler than the prism.

22 Quality control

22.1 See Section 13.

23 Report

23.1 An automatic digital electronic refractometer shall provide a direct and digital reading of refractive index. This can be manually recorded or, if the refractometer is equipped with a computer interface, readings can be sent to a printer or to a computer.

23.2 Report the refractive index to four decimal places and the test temperature, for example:

$$\begin{aligned} n_D &= x,xxxx \text{ at } 20^\circ\text{C} \\ \text{or} \\ n_{589} &= x,xxxx \text{ at } 20^\circ\text{C} \quad (5) \end{aligned}$$

where *D* or the 589 signifies that the sodium *D*spectral line was used.

24 Precision and bias

24.1 Precision—Refractive Index:

24.1.1 The precision for the automatic digital refractive index procedure, as determined by the statistical examination of

laboratorium tahun 1996⁴ pada delapan sampel yang berbeda dari sepuluh laboratorium, seperti hal berikut:

interlaboratory test results conducted in 1996⁴ on eight different samples from ten laboratories, is as follows:

24.1.2 Repeatability— Perbedaan antara dua hasil uji, yang diperoleh dari operator yang sama, dengan peralatan yang sama, pada kondisi operasi yang tetap, dengan material uji yang sama, dalam jumlah pengujian yang banyak, dalam operasi yang normal dan benar dari metoda uji, yang melebihi nilai berikut hanya satu dalam dua puluh kasus (95% tingkat keyakinan) :

24.1.2 Repeatability—The difference between successive test results, obtained by the same operator with the same apparatus, under constant operating conditions, and on identical test material, would, in the long run, in the normal and correct operation of the test method, exceed the following values only in one case in twenty (95 % confidence level):

$$r_{\text{otomatis}} = 0,000\ 2 \quad (6)$$

$$r_{\text{automatic}} = 0,000\ 2 \quad (6)$$

24.1.3 Reproducibility— Perbedaan antara dua hasil uji tunggal dan independen, yang diperoleh dari operator yang berbeda, bekerja dalam laboratorium yang berbeda, dengan material uji yang sama, dalam jumlah pengujian yang banyak, dalam operasi yang normal dan benar dari metoda uji, yang melebihi nilai berikut hanya satu dalam dua puluh kasus (tingkat kepercayaan 95%):

24.1.3 Reproducibility—The difference between two, single and independent results obtained by different operators working in different laboratories on identical test material would, in the long run, in the normal and correct operation of the test method, exceed the following values only in one case in twenty (95 % confidence level):

$$r_{\text{otomatis}} = 0,000\ 5 \quad (7)$$

$$r_{\text{automatic}} = 0,000\ 5 \quad (7)$$

24.1.4 Presisi metode uji untuk indeks bias otomatis diperoleh sesuai dengan tata cara D6300 menggunakan *software* Program Presisi D02 (D2PP).³

24.1.4 The precision of this test method for automatic refractive index was obtained in accordance with Practice D6300 using the D02 Precision Program (D2PP) software.³

24.2 Bias Relatif— Hasil studi antar laboratorium tahun 1996 menunjukkan bahwa tidak ada bias relatif antara peralatan uji indeks bias otomatis dan manual.

24.2 Relative Bias—The 1996 interlaboratory study did not indicate any relative bias between automatic and manual refractive index instruments.

25 Kata kunci

25 Keywords

25.1 dispersi bias; indeks bias; refraktometer

25.1 refractive dispersion; refractive index; refractometer

Lampiran (informatif)

X1. Faktor yang mempengaruhi presisi dan ketepatan

X1.1 Temperatur—Indeks bias bervariasi secara terbalik dan tidak linier dengan temperatur. Perubahan relatif dalam indeks bias dengan temperatur (koefisien temperatur) adalah berbeda untuk setiap cairan yang diuji. Cairan hidrokarbon mempunyai koefisien temperatur yang lebih tinggi dari air dan larutan encer. Sebagai contoh, pada temperatur 20 °C koefisien temperatur untuk air -9×10^{-5} unit indeks bias per °C. Untuk cairan hidrokarbon, koefisien temperatur akan memiliki rentang dari -3×10^{-4} hingga -5×10^{-4} .

X1.2 Panjang gelombang (sumber cahaya)

X1.2.1 Indeks bias juga bervariasi terbalik dan tidak linier dengan panjang gelombang cahaya. Indeks bias harus diukur menggunakan cahaya dengan panjang gelombang tunggal (cahaya monokromatik). Sebagian besar pengukuran telah dilakukan menggunakan garis spektra natrium *D* (589,3 nm) karena kemurnian dan ketersediaan dari sumber natrium seperti lampu *arc*. Sumber cahaya lain termasuk merkuri, kadmium, helium dan hidrogen menggunakan filter dengan refraktometer untuk menghilangkan garis emisi yang tidak diinginkan.

X1.2.2 Efek panjang gelombang pada indeks bias dinamakan dispersi. Materi yang berbeda memiliki tingkat variasi dispersi bias (disebut pula dengan power dispersif).

X1.2.3 Refraktometer optik mekanik (sering disebut refraktometer Abbe atau refraktometer sudut kritis) dapat digunakan dengan variasi sumber cahaya spektral. Beberapa peralatan dapat menggunakan sumber cahaya putih, tetapi seringkali peralatan ini terbatas ketepatannya karena sumber cahaya tersebut. Refraktometer

Appendix

(Nonmandatory information)

X1. Factor that affect precision and accuracy

X1.1 Temperature—Refractive index varies inversely and non-linearly with temperature. The relative change in refractive index with temperature (temperature coefficient) is different for each liquid under test. Hydrocarbon liquids have a higher temperature coefficient than water and aqueous solutions. For example, at 20 °C the temperature coefficient for water is -9×10^{-5} units of refractive index per °C. For hydrocarbon liquids, the coefficient will typically be in the range -3×10^{-4} hingga -5×10^{-4} .

X1.2 Wavelength (light source)

X1.2.1 Refractive index also varies inversely and nonlinearly with the wavelength of light. Refractive index should, therefore, be measured using light of a single wavelength (monochromatic light). Most measurements traditionally have been made at the sodium *D* line (589.3 nm) because of the purity and availability of a sodium source such as an arc lamp. Other light sources include mercury, cadmium, helium, and hydrogen where filters are used with the refractometer to eliminate unwanted emission lines.

X1.2.2 The effect of wavelength on refractive index is called dispersion. Different substances have varying degrees of refractive dispersion (sometimes called dispersive power).

X1.2.3 Optical-mechanical refractometers (often called Abbe refractometers or critical angle refractometers) can be used with a variety of spectral light sources. Some instruments can utilize a white light source, but often these instruments are limited in accuracy because of the light source. High accuracy Abbe refractometers require a

Abbe dengan ketepatan tinggi memerlukan sumber cahaya spektra murni seperti lampu *arc* natrium (lihat Subpasal 6.4)

pure spectral light source such as a sodium arc lamp (see 6.4).

X1.2.4 Refraktometer digital elektronik yang modern berfungsi pada panjang gelombang tunggal, termasuk cahaya natrium (589 nm). Indeks bias pada panjang gelombang ini dinotasikan sebagai n_D .

X1.2.4 Modern electronic digital refractometers function at a single wavelength, invariably that of sodium light (589 nm). The refractive index at this wavelength is denoted as n_D .

X1.2.5 Satu dari dua tipe sumber cahaya cenderung digunakan pada refraktometer digital: (1) sumber cahaya putih yang di-*filter* seperti yang diperoleh ketika menggunakan lampu tungsten-halogen atau (2) *light emitting diode* (LED)

X1.2.5 One of two types of light source tends to be used in digital refractometers: (1) filtered white light source such as that obtained using a tungsten-halogen lamp, or (2) light emitting diode (LED).

X1.2.6 Dengan dua tipe sumber cahaya tersebut, panjang gelombang bukan merupakan nilai tunggal tetapi rentang sempit yang berkisar 10 nm atau lebih dari nilai nominal (589 nm). Tingkat ketidakmurnian (*band width*) akan menyebabkan dispersi cahaya yang terdeteksi dari sampel. *Software* peralatan dapat digunakan mengkompensasi dan meminimalkan sumber kesalahan tetapi akan menjadi faktor dalam menentukan keterbatasan ketelitian peralatan. Kesalahan dispersi akan berbeda sesuai materi yang diukur. Oleh sebab itu pabrikan dapat menentukan ketelitian peralatan sebagai '*nilai tipikal*' atau '*lebih baik dari*', untuk mengakomodasi ruang aplikasi yang luas.

X1.2.6 With both types of light source, the wavelength is not a single value but is a narrow band spanning typically 10 nm or more about the nominal value (589 nm). The degree of impurity (band width) will cause a dispersion of the detected light from the sample. Instrument software can be used to compensate for and thus minimize this error source but it will nevertheless be a factor in determining the limiting accuracy of the instrument. The dispersion error will however differ according to the substance measured. This is why instrument manufacturers may specify the instrument accuracy as *typically* or *better than* in order to cover a broad application scope.

CATATAN X1.1 Natrium sesungguhnya memancarkan garis cahaya ganda yaitu pada 589,1 dan 589,6 nm. Namun, karena kedekatan antar dua garis tersebut, maka dianggap sebagai sumber cahaya dengan panjang gelombang tunggal dan lebih sering ditulis nilai rata-ratanya yaitu 589,3 nm.

NOTE X1.1 Sodium actually emits a doublet of lines at 589,1 and 589,6 nm. However, for practical purposes, because of the proximity of the lines, it is regarded as a single wavelength source and the average value of 589,3 nm is often cited.

Lampiran
(informatif)
X2. Kalibrasi peralatan

Appendix
(Nonmandatory information)
X2. Instrument calibration

X2.1 Refraktometer harus dikalibrasi menggunakan satu atau lebih standar kalibrasi. Sistem optik pada refraktometer adalah subyek dari pergerakan mikroskopik karena material mengalami ekspansi dan pengkerutan mengikuti fluktuasi kondisi termal sekitar. Efek ini menyebabkan perubahan kalibrasi, yang harus dikoreksi secara periodik untuk memastikan kehandalan pengukuran.

X2.2 Material pengkalibrasi dapat dibagi dua yaitu: padatan (pelat uji) dan cairan. Padatan berbentuk pelat lebih disukai karena kestabilannya (umur pakai), tetapi memiliki kekurangan yaitu ketelitian yang terbatas karena kesalahan yang timbul akibat pemasangan pelat pada prisma refraktometer. Sebuah pelat biasanya memiliki ketelitian tidak lebih baik dari $\pm 0,0001$ unit indeks bias. Pelat uji biasanya sulit untuk digunakan pada prisma safir (sapphire) yang sering digunakan pada refraktometer elektronik digital. Hal ini karena kekasaran mikro safir lebih besar dari gelas/kaca yang digunakan pada refraktometer optik Abbe. Karena alasan ini, standar referensi cairan akan lebih disukai dan direkomendasikan oleh pabrik peralatan.

X2.3 Peralatan optik mekanik memerlukan kalibrasi hanya pada sebuah titik skala. Refraktometer digital otomatis memerlukan satu (nol), dua atau banyak titik kalibrasi. Pada setiap kalibrasi, harus digunakan standar kalibrasi yang sesuai.

X2.4 Frekuensi kalibrasi akan tergantung berbagi faktor. Ketika peralatan elektronik pertama kali dinyalakan dan sirkulasi cairan pada penangas dimulai diperlukan periode penyesuaian termal agar lingkungan internal khususnya sistem optik dapat menyesuaikan dengan kondisi baru. Kalibrasi harus dilakukan sampai peralatan mencapai kondisi *steady-state*. Pengalaman

X2.1 A refractometer must be calibrated using one or more reliable calibration standards. The optical system in a refractometer is subject to microscopic movement as materials expand and contract with fluctuating ambient thermal conditions. This effect leads to calibration drift, which must be periodically corrected to ensure measurement reliability.

X2.2 Calibration materials are available as two types: solids (test plates) and liquids. Solid plates are often preferred for their stability (shelf life), but have the disadvantage of limited accuracy in use because of the errors associated with the placing of the plate on the refractometer prism. Typically, a plate may not allow an accuracy better than $\pm 0,0001$ units of refractive index. Test plates are particularly difficult to apply to sapphire prisms of the type typically used in digital electronic refractometers. This is because the micro-roughness of sapphire is greater than that of softer (optically flatter) glasses used in optical (Abbe) refractometers. Invariably, liquid reference standards will be preferred and will be recommended by instrument manufacturers for this reason.

X2.3 An optical-mechanical instrument may require calibration at only one point on the scale. Automatic digital refractometers may require a single (zero), two-point, or multi-point calibration. For each calibration a suitable calibration standard should be used.

X2.4 The frequency of calibration will depend upon a number of factors. When an electronic instrument is first switched on and the liquid bath circulation is started, a period of thermal adjustment is required to allow the internal environment, and particularly the optical system, to adjust to the new condition. Calibration should not take place until the instrument is in a steady-state.

menunjukkan bahwa hal ini akan berlangsung hingga satu jam. begitu juga bila temperatur cairan sirkulasi berubah, serangkaian kalibrasi akan diperlukan. Pada saat peralatan digunakan secara kontinyu dan pada kondisi termal yang konstan, kebutuhan akan kalibrasi ulang seharusnya diupayakan seminimal mungkin.

X2.5 Untuk setiap titik kalibrasi, diperlukan standar kalibrasi. Fluida kalibrasi apapun dapat digunakan. Namun, hal yang paling baik adalah menggunakan fluida dengan indeks bias mendekati rentang pengukuran yang diinginkan atau ketika diperlukan pilih sepasang atau grup standar, cairan yang mencakup rentang daerah kerja yang memadai.

X2.6 Baik peralatan digital elektronik ataupun peralatan optik mekanik yang digunakan, laboratorium memerlukan adopsi tata cara untuk frekuensi kalibrasi dan prosedur. Hal ini memerlukan pemeriksaan ketepatan pengukuran secara reguler menggunakan standar yang handal. Kalibrasi hanya akan diulang jika nilai pengukuran diluar dari toleransi yang ditetapkan. Tata cara harus termasuk prosedur yang mengatur kontrol dari material pengkalibrasi: penyimpanan (umur pakai), pencegahan kontaminasi dan kemampuan staf (pegawai yang bersertifikat).

Experience will demonstrate that this may be typically up to an hour. Similarly, if the circulating liquid temperature is changed, a new calibration sequence will be required. In circumstances where the instrument is used continuously and in a constant thermal condition, the need for recalibration should be minimal.

X2.5 For each calibration point, a calibration standard is required. Any calibration fluid could be used. However, it is best practice to select fluids with a refractive index close to the intended measuring range or, where a pair or group of standards is needed, select liquids that adequately span the working range.

X2.6 Whether an electronic digital instrument or an opticalmechanical instrument is being used, the laboratory needs to adopt a strict protocol for calibration frequency and procedure. This will entail regular checks on measurement accuracy (verification) using reliable standards. The calibration should only be reset when measured values are outside of the stated tolerance. The protocol should also include procedures that govern the control of calibration materials: storage (shelf-life), contamination-prevention and staff competence (approved users).

Lampiran
(informatif)

X3. Perbandingan antara cahaya yang dipantulkan dengan yang diteruskan

X3.1 Sudut kritis refraktometer dapat terbentuk oleh cahaya yang diteruskan melalui sampel (sebuah film sampel yang tipis diselipkan diantara dua prisma) atau oleh pantulan cahaya. Sebuah mekanisme pembiasan cahaya memiliki keuntungan efek absorpsi (sampel berwarna kuat) minimal. Kerugian dari refleksi cahaya adalah kesulitan untuk pengamatan garis batas dalam peralatan optik-mekanik (Abbe) karena intensitas cahaya rendah dan kontras yang buruk.

X3.2 Refraktometer elektronik digital biasanya bekerja dengan mekanisme pemantulan cahaya.

Appendix

(Nonmandatory information)

X3. Reflected versus transmitted light

X3.1 Critical angle refractometers can function by using light transmission through the sample (usually a thin film sandwiched between two prisms) or by light reflection. A light reflection mechanism has the advantage that effects of absorption (highly colored samples) are minimized. A disadvantage of reflectance is the difficulty of observing the borderline in optical-mechanical (Abbe) instruments because of the low light intensity and poor contrast.

X3.2 Digital electronic refractometers usually work with a reflected light mechanism.

Lampiran
(informatif)

X4. Petunjuk untuk kontrol kualitas

X4.1 Unjuk kerja peralatan atau prosedur uji harus dipastikan dengan menganalisa sampel kontrol kualitas (QC).

X4.2 Direkomendasikan bahwa sampel QC mewakili material yang akan dianalisa secara rutin. Namun, material murni dapat digunakan, jika diinginkan. Pasokan sampel QC yang cukup harus disediakan untuk periode penggunaan yang diinginkan, harus homogen dan stabil pada kondisi penyimpanan yang disesuaikan.

X4.3 Sebelum memonitor proses pengukuran, nilai rata-rata dan batas-batas kontrol dari sampel QC perlu ditetapkan (lihat tata cara D6299 dan ASTM MNL 7⁵). Ketika diperlukan sebuah sampel QC baru, batasan kontrol untuk material baru harus ditetapkan sebelum sampel QC lama menjadi usang.

X4.4 Hasil-hasil uji sampel QC harus dicatat dan dianalisa dengan diagram kontrol atau teknik statistik lain untuk memastikan status kontrol statistik dari proses pengujian total (lihat tata cara D6299 dan ASTM MNL 7⁵). Data yang di luar batas kontrol harus mendorong investigasi akar permasalahannya. Hasil dari investigasi tersebut dapat, namun tidak harus, menyebabkan kalibrasi ulang peralatan.

X4.5 Ketidaktersediaan persyaratan yang jelas pada metode uji, frekuensi uji QC tergantung pada tingkat kekritisan kualitas yang diukur, stabilitas proses uji yang ditunjukkan, waktu yang diperlukan untuk pengujian dan permintaan pelanggan. Frekuensi pengujian QC harus ditingkatkan jika sampel dengan jumlah besar dianalisa secara rutin. Namun, ketika pengujian QC menunjukkan metode uji di bawah kontrol statistik, frekuensi uji QC dapat dikurangi. Presisi sampel QC harus diperiksa dengan presisi metode ASTM untuk memastikan kualitas dari hasil uji.

Appendix

(Nonmandatory information)

X4. Guidelines for quality control

X4.1 The performance of the instrument or the test procedure should be confirmed by analyzing a quality control (QC) sample.

X4.2 It is recommended that the QC sample be representative of the material routinely analyzed. However, pure materials may be used, if so desired. An ample supply of QC sample material should be available for the intended period of use, and should be homogeneous and stable under the anticipated storage conditions.

X4.3 Prior to monitoring the measurement process, the average value and control limits of the QC sample need to be established (see Practice D6299 and ASTM MNL 7⁵). When a new QC sample material is required, control limits for the new material should be established before the old QC sample is exhausted.

X4.4 The QC results should be recorded, and analyzed by control charts or other statistically equivalent techniques to ascertain the statistical control status of the total testing process (see Practice D6299 and ASTM MNL 7⁵). Any out of control data should trigger an investigation of root cause(s). The results of such investigation may, but not necessarily, result in instrument recalibration.

X4.5 In the absence of explicit requirements given in the test method, the frequency of QC testing is dependent on the criticality of the quality being measured, the demonstrated stability of the testing process, the length of time required to do the test, and customer requirements. The QC testing frequency should be increased if a large number of samples are routinely analyzed. However, when it is demonstrated that the test method is under statistical control, the QC testing frequency may be reduced. The QC sample precision should be checked against the ASTM method precision to ensure quality of results.

X4.6 Lihat tata cara D6299 dan ASTM MNL 7⁵ sebagai petunjuk lebih lanjut tentang QC dan teknik diagram kontrol.

X4.6 Consult Practice D6299 and ASTM MNL 7⁵ for further guidance on QC and control charting techniques.

⁵ ASTM MNL7, "Manual on Presentation of Data Control Chart Analysis," 6th Edition, diperoleh dari kantor pusat ASTM Internasional.

⁵ ASTM MNL7, "Manual on Presentation of Data Control Chart Analysis," 6th Edition, available from ASTM International Headquarters.

